

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : 2 789 267
(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : 99 01461

(51) Int Cl⁷ : A 23 C 9/137 // A 23 L 2/54

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 08.02.99.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 11:08:00 Bulletin 00/32.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire. Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés

(71) Demandeur(s) : COMPAGNIE GERVAIS DANONE
Société anonyme — FR.

(72) Inventeur(s) : LAM DAVID et PETITFOUR CLAUDE.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : REGIMBEAU.

(54) BOISSON LACTEE ET CARBONATEE ET SON PROCEDE DE PREPARATION.

(57) La présente invention concerne boisson lactée caractérisée en ce qu'elle contient environ 8 à 50 % p/ p d'une base laitière et une teneur en CO₂ comprise entre 0, 15 et 0, 7 MPa à 4°C et environ 0, 3 à 0, 5 % p/ p de pectine, ladite pectine présentant un degré d'estérification (DE) comprise entre 60 et 75%.

Fond
f-4

FR 2 789 267 - A1



La présente invention se rapporte à une boisson lactée carbonatée qui ne présente pas de séparation au cours du stockage. Elle se rapporte, en particulier, à une boisson lactée fermentée carbonatée, contenant des bactéries lactiques vivantes. Elle se rapporte également à un procédé de préparation d'une telle boisson.

Il existe des boissons lactées fermentées, toutefois il serait souhaitable d'obtenir ce type de boisson présentant en outre un caractère pétillant, conféré notamment par la présence de gaz carbonique sous pression. L'objectif est de développer une boisson carbonatée à base de lait entier pour des adolescents, qui soit moins sucrée, plus fraîche, plus naturelle, et obtient une saveur plus douce que les soft-drinks. Les tentatives de réalisation d'une telle boisson ont montré qu'un phénomène de décantation survenait lors de la conservation. Un dépôt se forme au fond de la bouteille et donne une apparence peu appétissante au produit. De plus, quand on ajoute du CO₂ dans le lait, on constate que le gaz tend à augmenter la précipitation des protéines du lait. Les pectines sont utilisées pour stabiliser des boissons lactées éventuellement acidifiées. Cette stabilisation s'opère par la formation d'un réseau gélifié, entraînant ainsi une augmentation de la viscosité de la composition finale ; celle-ci n'est pas compatible avec les caractéristiques organoleptiques recherchées pour une boisson. En outre, avec la plupart des pectines, la présence de gaz dans la composition s'oppose à la formation de ce réseau.

De manière inattendue, on a trouvé qu'une boisson lactée carbonatée présentant de bonnes caractéristiques de conservation peut être obtenue par l'emploi de pectines spécifiques. C'est pourquoi la présente invention a pour objet une boisson contenant environ 8 à 50 % p/p d'une base laitière et une teneur en CO₂ comprise entre 0,15 et 0,7 MPa (1,5 à 7 bars) à 4°C caractérisée en ce qu'elle contient environ 0,3 à 0,5 % p/p de pectine, ladite pectine présentant un degré d'estérification (DE) comprise entre 60 et 75%.

Par base laitière, on entend, le lait entier, la crème, le lait totalement ou partiellement écrémé, le lait condensé ou le lait reconstitué, et leurs dérivés et leurs mélanges.

4.9.2.3 Avantageusement la teneur en base laitière sera comprise entre 8 et 30 % p/p, de préférence comprise entre 10 et 15% p/p.

4.9.2.4 Avantageusement la teneur en CO_2 mesurée à 4°C sera comprise entre 0,15 à 0,4 MPa (1,5 et 4 bars), de préférence entre 0,15 et 0,25 MPa (1,5 et 2,5 bars), de préférence environ 2 bars.

4.9.2.5 Les pectines adaptées à la mise en œuvre de l'invention sont des pectines de petite taille. Elles présentent un degré d'estérification (DE) élevé, compris de préférence entre 60 et 75% et, avantageusement, d'environ 65 à 70%. Une pectine particulièrement appropriée est la pectine vendue par DANISCO sous la référence GRJNSTEDTM Pectin AMD 780. Une telle pectine stabilise plus de 8% d'extrait sec laitier dégraissé. Les essais réalisés montrent qu'on n'a aucune séparation du lait carbonaté à J+30 après 30 jours de conservation.

4.9.2.6 Avantageusement le pH de la boisson carbonatée selon l'invention est compris entre 3,5 et 5, de préférence inférieur à 4,5. Des boissons particulièrement adaptées ont un pH d'environ 3,8 à 4. Ce pH pourra être ajusté par des acides acceptables dans le domaine alimentaires tels que notamment, l'acide citrique, l'acide lactique et/ou l'acide phosphorique et leurs mélanges.

4.9.2.7 Selon un mode de réalisation, la boisson lactée carbonatée selon l'invention contient en outre des bactéries lactiques vivantes, de préférence elle contient plus de 10^5 UFC/g. On peut par exemple obtenir des boissons contenant de 10^6 à 10^8 UFC/g. Les bactéries lactiques utilisées sont connues de l'homme du métier et seront notamment choisies parmi *Lactobacillus*, *Lactococcus*, *Streptococcus*, *Bifidobacterium*, ou *Leuconostoc*. On utilisera en particulier, des bactéries lactiques probiotiques conférant au produit des propriétés bénéfiques pour la santé.

4.9.2.8 Il n'a jamais été décrit une boisson lactée carbonatée contenant des bactéries lactiques vivantes. En effet, la présence de bactéries lactiques vivantes était jusqu'à présent considérée comme favorisant la séparation d'une telle boisson en deux phases.

La boisson laclée carbonatée pourra, en outre, contenir des additifs connus de l'homme du métier tels que des agents de texture, des colorants et/ou des arômes. Par exemple de l'amidon modifié pourra être utilisé pour augmenter le corps en bouche et le relargage aromatique. L'amidon modifié 5 (TEXTRA National Starch) permet d'obtenir une sensation crémeuse en bouche avec une très faible dose de matière grasse dans le produit fini. De plus, il n'apportera aucune viscosité.

Selon un mode de réalisation préféré de l'invention, le gaz présent dans la boisson laclée forme des bulles d'un diamètre d'environ 0,1 à 0,3 10 mm à une température comprise entre 2 et 8°C.

La mousse obtenue lorsque le produit est versé dans un récipient ne doit pas excéder un centimètre au-dessus de la boisson. Pour définir la qualité de la mousse recherchée, on utilise un test qui consiste à verser une canette de 330 ml de la boisson lactée carbonatée dans un becher de 600 15 ml et à mesurer le volume de mousse au cours du temps. La figure en annexe représente la disparition de la mousse en fonction du temps.

Une boisson selon l'invention peut être préparée de la manière suivante. On mélange le sucre avec l'acide citrique et la pectine pour permettre une bonne dispersion sans grumeau. On ajoute ce mélange dans 20 de l'eau chaude sous agitation. Le pH est ajusté à une valeur comprise entre 3,5 et 5. Ce mélange est ensuite refroidi. On prépare un second mélange (mix laitier) de lait et de crème ; dans l'un des mode de réalisation, ce mix laitier est homogénéisé à une pression comprise entre 30 et 100 25 MPa (300 et 1000 bars), de préférence 50 à 80 MPa. Ceci permet d'obtenir un produit de couleur blanche malgré la faible teneur en matière grasse.

Le mix laitier est ajouté au premier mélange, sous agitation, éventuellement en présence d'amidon. Le mélange ainsi constitué est homogénéisé à une pression comprise entre 5 et 20 MPa (50 et 200 bars), puis pasteurisé avant d'être refroidi. On ajoute alors les arômes. Le gaz carbonique peut être introduit sous pression avant ou après conditionnement. Cette boisson peut être conditionnée dans des boîtes de métal, des bouteilles de verre, ou dans des boîtes de plastique transparent.

Les exemples qui suivent sont destinés à illustrer l'invention.

Exemple 1

Formule : (en g) 79,6% d'eau, 8,0% de sucre, 7,5% de lait à 0% de matière grasse, 2,5% de crème 400 g de matière grasse, 0,6% d'amidon modifié, 0,2% d'acide citrique anhydre, 0,4% de pectine GRINSTED™ Pectin AMD 780, 0,2% d'arôme et 1,0% de Culture de *Lactobacillus casei* à 10^9 UFC/g. Ajouter $2\text{g/l à }4^\circ\text{C}$ de CO_2 gazeux.

Ingrédient	% p/p
Eau	79,6%
Sucre	8,0%
Lait à 0% de matière Grasse	7,5%
Crème 400 g de matière grasse	2,5%
Amidon modifié	0,6%
Acide citrique anhydre	0,2%
Pectine GRINSTED™ Pectin AMD 780	0,4%
Arôme	0,2%
Culture de <i>Lactobacillus casei</i> à 10^9 UFC/g	1,0%
CO_2 gazeux	$2\text{g/l à }4^\circ\text{C}$

5

Procéder si le résultat obtenu devra être en présence d' O_2 dans l'eau.

Le procédé se déroule dans deux étapes distinctes entre lesquelles il y a un arrêt.

Mix pectine:

On ajoute l'eau à la pectine sous agitation forte et sans ébullition jusqu'à ce que le pH soit de 3,8 à 4,0.

* Chauffer l'eau à 92°C

- * Le sucre est mélangé à sec avec l'acide citrique et la pectine pour permettre une bonne dispersion sans grumeau.
- * Ajouter les poudres dans l'eau chaude sous agitation. Contrôler que le pH se situe entre 3,8 et 4,0.
- * Chauffer à 92°C . Garder à température sous agitation pendant 15 mn.
- * Refroidir à 6°C , sous agitation.

15 Mix laitier :

- * Mélanger le lait et la crème
- * Homogénéiser à la pression 70 MPa (700 bars). On peut utiliser tout type d'appareil à homogénéiser y compris un microfluidiseur.
- * Ajouter le mix laitier dans le mix pectine à 6°C , sous agitation.

20 * Ajouter l'amidon sous agitation forte

- * Homogénéiser à 75°C à une pression de 15 MPa (150 bars), puis pasteuriser à 92°C pendant 30 s.
 - * Refroidir entre 2 et 6°C.
- Ce mélange refroidi est additionné de la culture de *Lactobacillus casei* à 10^9 UFC/g.

15 * Remplir des bouteilles plastique de 330 ml. Ajouter l'arôme et fermer par un bouchon à septum

Injection du gaz

Voie 1 :

- * Remplir des bouteilles plastique de 330 ml. Ajouter l'arôme et fermer par un bouchon à septum
- * Gazer à 2 bars en agitant pendant 1 heure à 4°C
- * Laisser reposer 1 nuit à 4°C.

Voie 2 :

- * Remplir à 50% un container Cornélius. Ajouter l'arôme
- * Gazer sous agitation pendant une nuit à 4°C à 0,2 MPa (2-bars).
- * Conditionner en bouteilles ou en canettes pressurisées
- * Laissez reposer 1 nuit à 4°C.

20 Caractéristiques produit fini

pH : 3,6 à 4,0

Acidité (sur 10 g) : 40-42°D

% Matière Grasse : 1%

% Extrait Sec : 10-11%

25 % Protéines : 2-3%

Cendres : 0,6%

Densité (4°C, sans mousse) : 1,046

Indice de réfraction (4°C, sans mousse) : 10,9 °Bx

Viscosité : 16s à 4°C (sur coupe consistimétrique #4)

30 Quantité de gaz : 0,18 MPa (1,8 b) à 4°C, soit environ 2,1 g/l

On ajoute 10^7 UFC/g de *Lactobacillus casei* à J+30 jours de conservation entre 2 et 8°C: 10^7 UFC/g

Evolution en cours de vieillissement :

	J+1	J+14	J+28
Apparence	Blanc, bulles fines, mousse	Blanc, bulles fines, mousse	Blanc, bulles fines, mousse
Texture	nappant, soft drink, pétillant	nappant, soft drink, pétillant	nappant, soft drink, pétillant
Goût	Caramel, Lait	Caramel, Lait	Caramel, Lait

5

Exemple 2: Boisson à lait

Formule

Ingrédient	% p/p
- Eau	71,4%
- Sucre éthyléneglycol (E420)	8,0%
- Pectine AMD 780	0,4%
- Acide orthophosphorique	0,07%
- Acide lactique	0,07%
- Acide citrique	0,06%
- Lait 0	7,5%
- Crème 400	2,5%
- Culture de <i>Lactobacillus casei</i> à 10^9 UFC/g	10,0%

On procède tel que décrit dans l'exemple 1 pour obtenir la boisson lactée carbonatée.

10

Exemple 3: Boisson au lait

Une boisson préparée selon l'exemple 2 est conservée 4 jours à 6°C, puis soumise à un test d'évaluation de la mousse. Une canette de 330 ml est versée dans un bécher de 600 ml. On mesure l'évolution du volume de la mousse formée au cours du temps.

15

Les résultats sont réunis dans le tableau ci-dessous et illustrés sur la

figure en annexe.

ANNEXE 2 : Courbe de dissolution de l'acide acétique dans l'eau à 20°C

Temps (mn)	Liquide (ml)	VOLUME total (ml)
0,25	150	550
1	205	530
2,5	250	500
4	270	460
5	280	420
7	290	350
8	300	330
10	300	320
12	300	310
14	300	300

Où le C est le taux d'acétate dans l'eau à 20°C

C est le taux d'acétate dans l'eau à 20°C

CRM 4.0

un échantillon de 100 g de sucre dans l'eau à 20°C

on (o est l'équation de la courbe de dissolution de l'acide acétique dans l'eau à 20°C)

les deux graphiques sont obtenus pour l'eau à 20°C

Revendications

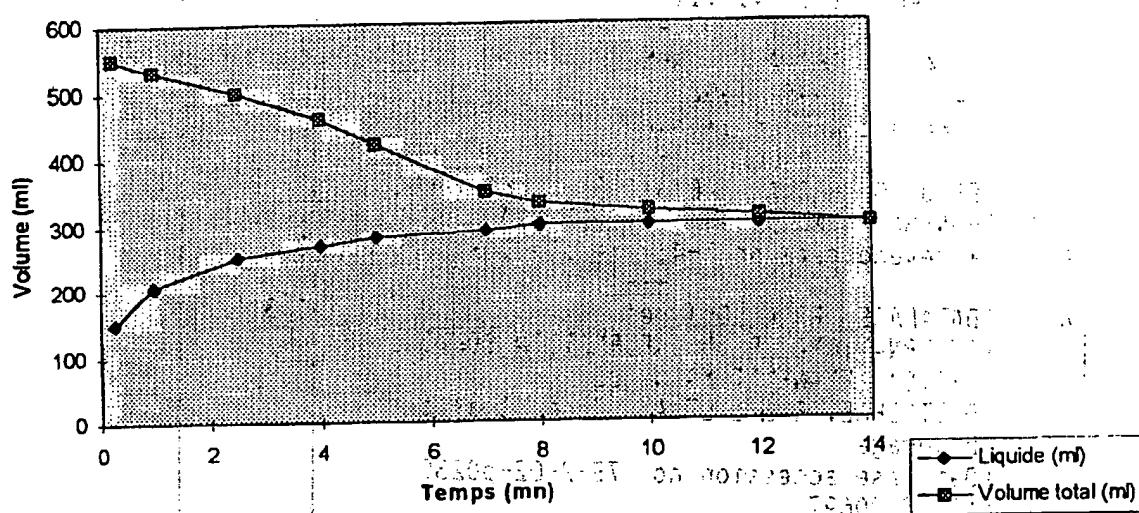
1. Boisson lactée caractérisée en ce qu'elle contient environ 8 à 50 % p/p d'une base laitière et une teneur en CO₂ comprise entre 0,15 et 0,7 MPa à 4°C et environ 0,3 à 0,5 % p/p de pectine, ladite pectine présentant un
5 degré d'estérification (DE) comprise entre 60 et 75%.
2. Boisson selon la revendication 1 caractérisée en ce qu'elle contient en outre des bactéries lactiques vivantes, de préférence à une concentration d'au moins 10⁵ UFC/g.
3. Procédé de préparation d'une boisson selon l'une des revendications
10 précédentes caractérisé en ce que:
 - a) on mélange au moins une pectine estérifiée avec du sucre et de l'eau
 - b) on prépare un mélange de matières premières laitières
 - c) on ajoute le mélange obtenu à l'étape a) au mélange de matières premières laitières et on homogénéise à une pression appropriée.
 - 15 d) on pasteurise le mélange de l'étape c) et on le refroidit à une température comprise entre 2 et 8°C
 - e) on ajoute du gaz carbonique à une pression comprise entre 0,15 à 20 0,4 MPa.
 - f) on conditionne le produit ainsi obtenu.
4. Procédé selon la revendication 3 caractérisé en ce qu'après l'étape d) on ajoute une culture de bactéries lactiques vivantes.

BUREAU DE SANCTION

1974/03

1/1

DISPARITION DE LA MOUSSE EN FONCTION DU TEMPS



INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 568388
FR 9901461

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
Y	EP 0 117 011 A (DMV-CAMPINA) 29 août 1984 (1984-08-29) * exemples I,,VI,VII *	1,2
Y	US 4 919 960 A (S. AHMED) 24 avril 1990 (1990-04-24) * revendication 1; exemple *	1
Y	EP 0 709 033 A (KABUSHIKI KAISHA YAKULT HONSHA) 1 ^{er} mai 1996 (1996-05-01)	1,2
A	* revendications 1-4; exemple 1 *	3
A	DATABASE FSTA 'Online' INTERNATIONAL FOOD INFORMATION SERVICE (IFIS), FRANFURT/MAIN, DE DUITSCHAEVER G-L ET AL: "Yogurt as a beverage." Database accession no. 75-2-02-p0230 XP002120697 * abrégé * & DAIRY AND ICE CREAM FIELD, vol. 157, no. 9, 1974, page 66H, 66J Dept. of Food Sci., Univ. of Guelph, Ontario	1-3
A	DATABASE WPI Section Ch, Week 198849 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class D13, AN 1988-350679 XP002120698 & JP 63 263045 A (MEIJI MILK PROD CO LTD), 31 octobre 1988 (1988-10-31) * abrégé *	1
A	GB 984 165 A (R. CHENIER) * exemples 1,2 *	1-3
		-/-
3	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
	28 octobre 1999.	Desmedt, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		
T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 568388
FR 9901461

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendications concernées de la demande examinée	ACTIONS	
			Afficher	Imprimer
A	A. VAN HOOYDONK: "De bereiding van drinkyoghurt" VOEDINGSMIDDELEN TECHNOLOGIE, vol. 15, no. 20, 1982, pages 25-29, XP002120696 ZEIST, NL * page 25, colonne 1; tableau 1 *	1		
A	WO 97 03574 A (DANISCO) 6 février 1997 (1997-02-06) * exemple 1 * GLAHN P E ET AL: "CASEIN-PECTIN INTERACTION IN SOUR MILK BEVERAGES" SYNTHESIS AND PROPERTIES OF SYNTHETIC POLYMERS SYMPOSIUM ON FOOD INGREDIENTS EUROPE, 1 janvier 1994 (1994-01-01), pages 252-256 XP002016403 * page 254, colonne 2; figure 1 * * page 252; colonne 2 *	1,2,3		
				DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (INCL.6)
3			Date d'achèvement de la recherche	Examineur
			28 octobre 1999	Desmedt, G
	CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
	X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention		
	Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.		
	A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général	D : cité dans la demande		
	O : divulgation non-écrite	L : cité pour d'autres raisons		
	P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant		